

| | | |
|--|--|------------------|
| 96-205378/21 SEKISUI CHEM IND CO LTD 94.09.07 94JP-213602 (96.03.19) C04B 38/02, 12/04, 14/24, 18/08, 20/00, 20/06, 22/06, 28/26 Formable inorganic compsn. with uniform pores - comprises fly ash contg. powder of specified particle size, reactive inorganic powder, a silicate, inorganic filler etc. C96-065166 | L02 SEKI 94.09.07 *JP 08073283-A | L(2-D4A, 2-D13A) |
| Compsn. comprises a fly ash contg. at least 80 wt.% of a powder having up to 10 micron particle dia., 100 pts.wt. of reactive inorganic powder, i.e., clay and meta-kaolin, 0.2-450 pts.wt. of alkali metal silicate, 20-800 pts.wt. of column or needle shaped inorganic filler, 0.01-10 pts.wt. of 0.01-10 pts.wt. of hydrogen peroxide, and 35-1500 pts.wt. of water. <u>ADVANTAGE</u> Provides uniform pores. (11pp108DwgNo.0/0) | | |

JP 08073283-A

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-73283

(43)公開日 平成8年(1996)3月19日

| (51)Int.Cl. ⁶ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|-------------------------------------|-------|--------|-----|--------|
| C 0 4 B | 38/02 | G | | |
| | 12/04 | | | |
| | 14/24 | | | |
| | 18/08 | B | | |
| | 20/00 | B | | |
| 審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全 11 頁) 最終頁に続く | | | | |

| | | | |
|----------|----------------|---------|---|
| (21)出願番号 | 特願平6-213602 | (71)出願人 | 000002174 積水化学工業株式会社 大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号 |
| (22)出願日 | 平成6年(1994)9月7日 | (72)発明者 | 坂本 正勝 京都市南区上鳥羽上調子町2-2 積水化学工業株式会社内 |
| | | (72)発明者 | 横山 祐三 京都市南区上鳥羽上調子町2-2 積水化学工業株式会社内 |

(54)【発明の名称】 発泡性無機質組成物

(57)【要約】

【目的】気泡の均一性、耐水性に優れ、高強度で低比重でありながら熱収縮率の小さい発泡体を得ることのできる発泡性無機質組成物を提供する。

【構成】 粒径が10 μ m以下の粉体を80重量%以上含有するフライアッシュ、粘土、メタカオリン等反応性無機質粉体100重量部と、アルカリ金属珪酸塩0.2~450重量部と、平均粒径が0.01~35 μ mの粒状物であるかあるいは長尺方向の長さが1~250 μ mであり形状が柱状又は針状の無機質充填材20~800重量部と、過酸化水素0.01~10重量部、及び水35~1,500重量部とからなることを特徴とする発泡性無機質組成物。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) ①フライアッシュのうち、粒径が $10\mu\text{m}$ 以下であるものを80重量%以上含有する粉体、② $400\sim 1,000^\circ\text{C}$ で焼成したフライアッシュのうち、粒径が $10\mu\text{m}$ 以下であるものを80重量%以上含有する粉体、③フライアッシュを熔融し、気体中に噴霧することによって得られる粉体、④粘土を熔融し、気体中に噴霧することによって得られる粉体、⑤粘土に $0.1\sim 30\text{kWh/kg}$ の機械的エネルギーを作用させて得られる粉体、⑥粘土に $0.1\sim 30\text{kWh/kg}$ の機械的エネルギーを作用させて得られる粉体を、更に $100\sim 750^\circ\text{C}$ に加熱して得られる粉体、⑦メタカオリンに $0.1\sim 30\text{kWh/kg}$ の機械的エネルギーを作用させて得られる粉体よりなる群から選ばれる少なくとも1種以上の反応性無機質粉体100重量部、(B) ① $0.01\sim 35\mu\text{m}$ の粒度を有する無機質充填材、②長軸径と短軸径の比が $50/1\sim 1.5/1$ である針状、角状あるいは柱状の形状を有する無機質充填材よりなる群から選ばれる少なくとも1種以上の無機質充填材20 \sim 800重量部、(C) 過酸化水素 $0.01\sim 10$ 重量部、(D) アルカリ金属珪酸塩 $0.2\sim 450$ 重量部、(E) 水 $35\sim 1,500$ 重量部とからなる発泡性無機質組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は発泡性無機質組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、アルカリの存在下で熱により硬化、発泡する無機質組成物については、幾つか提案されている。例えば、(a) 発泡剤を用いることなく加熱下において水蒸気の発生をもって発泡体を得る方法、あるいは(b) 金属粉体を加えてガスを発生させ発泡体を得る方法などが知られていた。たとえば(b)の方法としては、特開昭57-77062号公報には(A) 水可溶性アルカリ珪酸塩、(B) 金属系発泡剤、(C) フライアッシュまたは高炉鉍滓及び(D) 水を有効成分としてなる発泡性を有する無機質組成物が記載されている。

【0003】 しかし、上記の組成物を用いて得られた発泡体は気泡の均一性に欠け、耐水性に劣り、低強度で低倍率の発泡体しか得られず、さらに乾燥時に熱収縮が発生し、クラックが発生するなどの問題があった。

【発明が解決しようとする課題】 本発明は上記の課題を解決し、気泡の均一性、耐水性に優れ、高強度で低比重でありながら熱収縮率の小さい発泡体を得ることのできる発泡性無機質組成物を提供することにある。

【0004】

【課題を解決するための手段】

【0005】 本発明において使用されるフライアッシュとはJIS A 6201に規定される、微粉炭燃焼ボ

2

イラーから集塵器で採取する微小な灰の粒子をいい、シリカ45%以上、湿分1%以下、強熱減量5%以下、比重1.95以上、比表面積 $2,700\text{cm}^2/\text{g}$ 以上、 $44\mu\text{m}$ 標準篩を75%以上が通過するものである。

【0006】 本発明において使用される(A)成分のうち、①フライアッシュのうち、粒径が $10\mu\text{m}$ 以下であるものを80重量%以上含有する反応性無機質粉体とは、上記フライアッシュをふるい分けや風力や静電気等を利用して $10\mu\text{m}$ を超える粒子を分離除去して得られる。猶、上記加工に際して上記粉砕や分級、分離の方法は併用されてもよい。

【0007】 粒径 $10\mu\text{m}$ 以下の反応性無機質粉末の量は、少なくなるとアルカリ金属珪酸塩との反応性が低下し、発泡性無機質組成物を発泡させて得られる発泡体は発泡過程における破泡によって、気泡の均一性を欠き、発泡倍率も低いものしか得られない。又、反応性の低下によって、上記組成物の硬化も不良となり、得られる発泡体の強度も脆弱なものとなってしまうので粒径 $10\mu\text{m}$ 以下の反応性無機質粉末の量は80重量%以上に限定される。

【0008】 本発明において使用される(A)成分のうち、②において、 $400\sim 1,000^\circ\text{C}$ で焼成したフライアッシュを使用する。フライアッシュは一般に黒色であるので、着色を必要とする用途に使用する場合、 400°C 以上の温度で焼成して脱色するが、 $1,000^\circ\text{C}$ を超える温度で焼成すると、上記アルカリ金属珪酸塩との反応性が低下するので、上記範囲の温度で焼成することが好ましい。

【0009】 本発明において使用される(A)成分のうち、③及び④において、フライアッシュ及び粘土を熔融し、気体中に噴霧することによって反応性無機質粉体を得ているが、気体中に噴霧する方法として、セラミックコーティングに適用される溶射技術が応用される。この溶射技術は、好ましくは上記フライアッシュ及び粘土が $2,000\sim 16,000^\circ\text{C}$ の温度で熔融され、 $30\sim 800\text{m/秒}$ の速度で噴霧されるものであり、具体的には、プラズマ溶射法、高エネルギーガス溶射法、アーク溶射法等が採用される。

【0010】 上記溶射技術によって得られる反応性無機質粉体は、一般にその比表面積が $0.1\sim 100\text{m}^2/\text{g}$ 、好ましくは $0.1\sim 60\text{m}^2/\text{g}$ にコントロールされる。

【0011】 本発明において使用される(A)成分のうち、④乃至⑥の粘土は、化学組成として、 SiO_2 : $5\sim 85$ 重量%、 Al_2O_3 : $90\sim 10$ 重量%を含有することが好ましい。このような粘土としては、例えば、カオリン鉍物(カオリナイト、ディッカナイト、ナクライト、ハロイサイト等)、雲母粘土鉍物(白雲母、イライト、フェンジャイト、海緑石、セラドナイト、パラゴナイト、プランマライト等)、スメクタイト(モンモリロ

ナイト、パイデイト、ノントロライト、サボナイト、ソーコナイト等)、緑泥岩、パイロフィライト、タルク、パーミキュライト、ろう岩、ばん土頁岩等が挙げられるが、組成、粒度等が適当であれば、これらに限定されるものではない。

【0012】本発明において使用される(A)成分のうち、⑤乃至⑦の粘土及びメタカオリンに0.1~30kwh/kgの機械的エネルギーを作用させて反応性無機質粉体を得ているが、本発明において、機械的エネルギーとは圧縮力、剪断力、衝撃力等を指し、これらは単独で作用させてもよいし、2種以上を複合させてもよい。これらを具体的に作用させる機器としては、例えば、ボールミル、振動ミル、遊星ミル、媒体攪拌型ミル、ローラミル、乳鉢、ジェット粉砕装置等が挙げられる。

【0013】上記⑤乃至⑦の粘土及びメタカオリンの粒径は特に限定されないが、機械的エネルギーを有効に作用させるには平均粒径が0.01~500μmが好ましく、更に好ましくは0.1~100μmである。

【0014】上記⑤及び⑥の粘土に作用させる機械的エネルギーが0.1kwh/kg未満であると、アルカリ金属珪酸塩との反応性が低下し、30kwh/kgを超えると、上記粉砕装置等への負荷が大きくなり、装置の磨耗、損傷が増大し、上記粘土への不純物の混入等の問題が発生するので、0.1~30kwh/kgに限定され、好ましくは1.0~26kwh/kgで作用させる。

【0015】又、上記⑦のメタカオリンに作用させる機械的エネルギーを0.1~30kwh/kgに限定している理由も、上記⑤及び⑥の粘土の場合と同様である。

【0016】本発明において機械的エネルギーを作用させる際には、必要に応じて粉砕助剤が添加されてもよい。粉砕助剤とは、機械的エネルギーを作用させる際に粘土乃至メタカオリンの粉体の装置内部への付着乃至は著しい凝集を防ぐもので、例えば、メチルアルコール、エチルアルコール等のアルコール類、トリエタノールアミン等のアルコールアミン類、ステアリン酸ナトリウム、ステアリン酸カルシウムなどの金属石鹸類、アセトン蒸気等が挙げられる。これらは単独で使用されてもよいし、2種以上が併用されてもよい。

【0017】又、本発明において使用される(A)成分のうち、⑥の反応性無機質粉体は、粘土に上記機械的エネルギーを作用させた後、更に、100~750℃に加熱して得られるが、加熱する方法としては、特に限定されるものではなく、熱風乾燥機、ロータリーキルン等従来公知の任意の加熱装置が使用される。

【0018】上記加熱温度が100℃未満であると、発泡性無機質組成物の発泡硬化後の成形体の機械的強度を低下せしめ、750℃を超えると、上記反応性無機質粉体の結晶化が促進され、アルカリ金属珪酸塩水溶液に対する溶解性が低下するので、加熱温度は100~750

℃に限定され、好ましくは200~600℃である。又、加熱時間は短くなると、得られる成形体の機械的強度を低下せしめ、長くなると、エネルギーコストが増大するので、1分から5時間が好ましい。

【0019】本発明において使用される無機質充填材(B)としては、アルカリ金属珪酸塩水溶液に対して活性が低いものが好ましく、例えば、珪砂、ジルコンサンド、結晶質アルミナ、岩石粉末、火山灰(シラス、抗火石等)、炭酸カルシウム、珪石粉、けいそう土、雲母、タルク、ワラストナイト、シリカヒューム等が挙げられるが、アルカリ金属珪酸塩水溶液に対して活性が低いものであれば、これらに限定されるものではない。

【0020】上記無機質充填材(B)として、アルカリ金属珪酸塩水溶液に対して活性が低いことが求められる理由は、活性が高いと、アルカリ水溶液及びアルカリ金属珪酸塩水溶液のゲル化が急速に進み、発泡性無機質組成物の混合作業や成形作業が難しくなるからである。

【0021】本発明において使用される無機質充填材(B)のうち、①の粒状物であるときには、平均粒径が小さくなるとアルカリ金属珪酸塩に溶解されやすくなり、大きくなると熱収縮を抑えきれなくなるので0.01~30μmに限定される。又、②の針状、角状あるいは柱状の形状を有するものであるときには、長軸方向の長さは短くなると熱収縮を防ぐことが困難になり、長くなると混練が困難になるので1~250μmであることが好ましい。

【0022】本発明において使用される無機質充填材(B)のうち、②の無機質充填材の長軸径(a)と短軸径(b)の比(a/b)は、50/1を超える場合、成形が困難となり、気泡が安定せず、不均一になったり、破泡したりして発泡硬化後の成形体の機械的強度が低下し、1.5/1未満の場合、得られる成形体の乾燥収縮、熱収縮が大きく、成形体が歪んだり、亀裂を生じたりするからである。

【0023】上記の主な理由により、上記②の無機質充填材の長軸径(a)と短軸径(b)の比(a/b)は、50/1~1.5/1に限定され、好ましくは30/1~2/1、更に好ましくは20/1~3/1である。

【0024】上記無機質充填材(B)の配合量が、上記(A)成分の反応性無機質粉体100重量部に対し20重量部未満の場合、発泡性無機質組成物の発泡硬化後の成形体の乾燥収縮、熱収縮が大きく、800重量部を超えると、上記成形体の機械的強度を低下せしめるため、20~800重量部に限定されるが、本発明において使用される無機質充填材(B)のうち、①及び②の無機質充填材ともに、好ましくは30~600重量部、更に好ましくは40~400重量部である。

【0025】本発明において使用される無機質充填材(B)の①及び②は、上記の如くグループ毎にいずれか一方のみを単独もしくは2種以上を混合して使用しても

5

よいが、上記①及び②を併用することもできる。この上記①及び②を併用した場合、それぞれをグループ毎にいずれか一方のみを使用した場合よりも発泡硬化後の成形体の機械的強度を改善する等の新たな効果を発揮する。猶、上記①及び②の配合量は、合計で上記(A)成分の反応性無機質粉体100重量部に対し、20~800重量部であり、好ましくは30~600重量部、更に好ましくは40~400重量部である。

【0026】上記無機質充填材(B)の①及び②の配合割合は、①の量が全無機質充填材量の60重量%以下であることが熱収縮の改善に繋がり、上記新たな効果を発揮するために必要である。

【0027】本発明において使用される過酸化水素は、上記アルカリ金属珪酸塩水溶液と反応して酸素を発生するもので、過酸化水素の量は少なくなると低密度の発泡体が得られず、また発泡時に温度が上がらないので硬化が遅くなりやすく、多くなると破泡が発生しやすくなるので上記(A)成分の反応性無機質粉体100重量部に対して0.01~10重量部に限定される。また過酸化水素の使用は水溶液で添加されるのが好ましく水溶液濃度は1~35重量%が好ましい。

【0028】本発明に使用されるアルカリ金属珪酸塩(D)とは $M_2O \cdot nSiO_2$ ($M=K, Na, Li$ から選ばれる1種以上の金属)で表される珪酸塩であって、nの値は小さくなると緻密な発泡体が得られず、大きくなると水溶液の粘度が上昇し混合が困難になるので0.05~8が好ましく、更に好ましくは0.5~2.5である。

【0029】アルカリ金属珪酸塩(D)は水溶液で添加されるのが好ましく、水溶液濃度は特に限定されないが、薄くなると上記(A)成分の反応性無機質粉末との反応性が低下し、濃くなると固形分が生じやすくなるので10~60重量%が好ましい。

【0030】上記アルカリ金属珪酸塩水溶液はアルカリ金属珪酸塩をそのまま加圧、加熱下で水に溶解してもよいが、アルカリ金属水酸化物水溶液に珪砂、珪石粉などの SiO_2 成分をnが所定の量となるように加圧、加熱下で溶解してもよい。上記アルカリ金属珪酸塩の量は、少なくなると硬化が十分になされず、多くなると得られる発泡体の耐水性が低下するので上記(A)成分の反応性無機質粉体100重量部に対して0.2~450重量部に限定され、好ましくは10~350重量部、更に好ましくは20~250重量部である。

【0031】本発明で使用される水(E)は、独立して添加されてもよいが、前記する如く上記アルカリ金属水酸化物水溶液として添加されるのがよい。又、水(E)の添加量は、上記(A)成分の反応性無機質粉体100重量部に対して35重量部未満であると、発泡性無機質組成物を十分に硬化せず、また、破泡が発生しやすくなり、1,500重量部を超えると、得られる発泡体の強

6

度が低下しやすくなるので上記(A)成分の反応性無機質粉体100重量部に対して35~1500重量部に限定され、好ましくは45~1,000重量部、更に好ましくは50~500重量部である。

【0032】本発明において必要に応じて発泡助剤が添加されてもよい。発泡助剤は発泡を均一に生じさせるものなら特に限定されず、たとえばステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウム、パルミチン酸亜鉛等の脂肪酸金属塩、シリカゲル、ゼオライト、活性炭、アルミナ粉末等の多孔質粉体などがあげられる。これらは単独で使用されてもよいし、2種類以上併用されてもよい。

【0033】上記発泡助剤の量は、多くなると発泡性無機質組成物の粘度が大きくなり、発泡時破泡が発生しやすくなり、安定な発泡体が得られないので、上記(A)成分の反応性無機質粉体100重量部に対して10重量部以下が好ましい。

【0034】本発明においてさらに必要に応じて補強繊維が添加されてもよい。補強繊維は、成形体に付与したい性能に応じ任意のものが使用でき、例えば、ビニロン繊維、セルロース繊維、ポリアミド繊維、ポリエステル繊維、ポリプロピレン繊維、カーボン繊維、アラミド繊維、ガラス繊維、チタン酸カリウム繊維、銅繊維等が使用できる。上記補強繊維の繊維径は、細くなると混合時に再凝集し、交絡によりファイバーボールが形成されやすくなり、最終的に得られる発泡体の強度はそれ以上改善されず、太くなるか又は短くなると引張強度向上などの補強効果が小さく、又、長くなると繊維の分散性及び配向性が低下するので、繊維径1~500 μm 、繊維長1~15mmが好ましい。上記補強繊維の添加量は多くなると繊維の分散性が低下するので、上記(A)成分の反応性無機質粉体100重量部に対し、10重量部以下が好ましい。

【0035】本発明の発泡性無機質組成物は、更に発泡体軽量化を図る目的でシリカバルーン、パーライト、フライアッシュバルーン、シラスバルーン、ガラスバルーン、発泡焼成粘土等の無機質発泡体、フェノール樹脂、ウレタン樹脂、ポリエチレン、ポリスチレン等の有機質発泡体、塩化ビニリデンバルーン等が添加されてもよい。これらは単独で添加されてもよいし、2種類以上併用されてもよい。

【0036】本発明の組成物から発泡体を得るには、まず上記アルカリ金属珪酸塩(D)を加圧、加熱下で水(E)に溶解し、反応性無機質粉体(A)、無機質充填材(B)及び必要に応じて残部の水(E)、発泡助剤、補強繊維を混合し、ペースト状とした後、過酸化水素(C)水溶液を添加し、注型、押圧成形、押出成形など従来公知の方法により所望の形に発泡させて賦形し、硬化させる等の方法が使用できる。

【0037】上記硬化温度は常温でもよいが、50~110℃で30分間~8時間硬化させることにより、硬化

反応を促進でき、機械的物性を向上することができる。

【0038】

【実施例】本発明を実施例をもって更に詳しく説明する。

【0039】反応性無機質粉体1、2の作製

フライアッシュ（関電化工社製、平均粒径 $20\mu\text{m}$ ；JIS A 6201に準ずる）を分級機（日清エンジニアリング社製、型式；TC-15）により分級し、粒径が $10\mu\text{m}$ 以下の粉体を100重量%含有する反応性無機質粉体1（10重量%）と、粒径が $10\mu\text{m}$ を超える粉末を100重量%含有する反応性無機質粉体2（90重量%）とを得た。

【0040】反応性無機質粉体3の作製

上記反応性無機質粉体1を 600°C の温度にて焼成し、粒径が $10\mu\text{m}$ 以下の反応性無機質粉体3を得た。

【0041】反応性無機質粉体4の作製

フライアッシュ（関電化工社製、平均粒径 $20\mu\text{m}$ ；JIS A 6201に準ずる）を3,000℃で溶融後、 $80\text{m}/\text{秒}$ の速度で大気中に噴霧して平均粒径 $5\mu\text{m}$ 、比表面積 $9.5\text{m}^2/\text{g}$ の反応性無機質粉体4を得た。

【0042】反応性無機質粉体5の作製

カオリン（組成： SiO_2 45.7%、 Al_2O_3 38.3%、平均粒径： $5\mu\text{m}$ 、BET比表面積： $5.8\text{m}^2/\text{g}$ ）を燃焼温度 $2,500^\circ\text{C}$ 、噴射粒子速度 $50\text{m}/\text{秒}$ で溶射し、組成： SiO_2 49.7%、 Al_2O_3 47.0%、平均粒径： $14.8\mu\text{m}$ 、BET比表面積： $1.96\text{m}^2/\text{g}$ の反応性無機質粉体5を得た。

【0043】反応性無機質粉体6の作製

カオリン（組成： SiO_2 45.7%、 Al_2O_3 38.3%、平均粒径： $5\mu\text{m}$ 、BET比表面積： $5.8\text{m}^2/\text{g}$ ）95重量部とクォーツ（住友セメント社製、商品名：ソフトシリカ）5重量部及びトリエタノールアミン25重量%とエタノール75重量%の混合溶液0.5重量部を、ウルトラファインミルAT-20（三菱重工社製、ジルコニアボール 10mm 使用、ボール充填率85体積%）に供給し、 $25\text{kWh}/\text{kg}$ の機械的エネルギーを作用させ、反応性無機質粉体6を得た。猶、作用させた機械的エネルギーは上記ウルトラファインミルに供給した電力を処理粉体単位重量で除して表した。

【0044】反応性無機質粉体7の作製

上記反応性無機質粉体6を、 300°C で3時間加熱して反応性無機質粉体7を得た。

【0045】反応性無機質粉体8の作製

メタカオリン（エンゲルハード社製、商品名：SATINTONE SP 33、平均粒径 $3.3\mu\text{m}$ 、BET比表面積： $13.9\text{m}^2/\text{g}$ ）100重量部及びトリエタノールアミン25重量%とエタノール75重量%の混合溶液0.5重量部を、ウルトラファインミルAT-20（三菱重工社製、ジルコニアボール 10mm 使用、ボ

ール充填率85体積%）に供給し、 $10\text{kWh}/\text{kg}$ の機械的エネルギーを作用させ、反応性無機質粉体8を得た。猶、作用させた機械的エネルギーは上記ウルトラファインミルに供給した電力を処理粉体単位重量で除して表した。

【0046】無機質充填材1～3

無機質充填材1（8号珪砂：丸紅繊維資材社製、平均粒径 $80\mu\text{m}$ ）

無機質充填材2（微粉珪砂：丸紅繊維資材社製、平均粒径 $10\mu\text{m}$ ）

無機質充填材3（ワラストナイト：土屋カオリン社製、商品名：ケモリットA-60、長軸径 $95\mu\text{m}$ 、長軸径と短軸径の比9）

【0047】実施例1～29、比較例1～37

実施例1～29及び比較例1～32について、表1～4に示した所定量の $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ のモル比が1.5のアルカリ金属珪酸塩（D）をオートクレープ中において、 130°C 、ゲージ圧 $7\text{kg}/\text{cm}^2$ で所定量の水（E）に溶解し、所定量の無機質充填材（B）1～3、タルク（山陽クレイ工業社製、商品名：タルク83、平均粒径 $5\mu\text{m}$ ）、マイカ（スゾライトマイカ社製、商品名：325S、平均粒径 $40\mu\text{m}$ ）、ビニロン繊維（クラレ社製、品番：RM182×3）、ステアリン酸亜鉛をそれぞれ添加して、ハンドミキサーで3分間混合した。得られた混合物に過酸化水素（C）またはアルミニウム粉末（ミナルコ社製、商品名：#350F、粒径 $70\mu\text{m}$ ）を添加して20秒間攪拌し、型枠内に注入して3分間発泡させた後、型枠ごと 85°C のオーブン中で、実施例1～13及び比較例1～18の場合20時間、実施例14～17及び比較例19～23の場合6時間、実施例18～29及び比較例24～37の場合4時間、加熱させて発泡体を得た。猶、20時間加熱の場合は5時間加熱した時点、6時間加熱の場合は3時間加熱した時点、4時間加熱の場合は2時間加熱した時点での硬化状態及び気泡状態を目視で観察した。得られた発泡体を脱型して五酸化リンを入れたデシケーター内で 25°C 、20時間乾燥した。猶、粒径はレーザー回折式分布計（セイシン社製、型式：PRO700S）で測定した。得られた発泡体を下記の条件で評価し、結果を表5～10に示した。

【0048】1. 硬化状態

所定時間加熱した時点での硬化状態及び得られた発泡体を目視で観察し、十分に硬化したものには○、硬化せず脱型時に破壊するものには×の評価をし、表5～10にそれぞれ記入した。

【0049】2. 気泡状態

得られた発泡体の断面を顕微鏡で観察し、気泡が良好に分散しているものには○、破泡及び気泡の分散が不良なものには△、発泡が不良なものには×の評価をし、表5～10にそれぞれ記入した。

【0050】3. 圧縮強度

得られた発泡体を50×50×50mmに切断しJIS

A 1108に準じて、23℃、50%RHで圧縮強度(耐水試験前圧縮強度)を測定した。

【0051】4. 耐水試験

得られた発泡体を50×50×50mmに切断し、80℃の水中に6時間浸漬後、前第3項記載の方法で圧縮強度(耐水試験後圧縮強度)を測定し、次式によって耐水試験後の強度保持率を求めた。

(強度保持率) = [(耐水試験後圧縮強度) ÷ (耐水試験前圧縮強度)] × 100

* 【表1】

* 【0052】又、得られた発泡体を100×100×100mmに切断し、100℃のオーブンで6時間加熱し、その前後の長さを測定し、次式によって耐水試験後の収縮率を求めた。

(収縮率) = [(加熱前の長さ) - (加熱後の長さ)] ÷ (加熱前の長さ) × 100

5. 比重

得られた発泡体を100×100×100mmに切断し、重量を測定し、比重を求めた。

【0053】

| 組成 重量部 | 反応性無機質粉体 (A) | | | | 無機質充填 材 (B) | | (C) 過酸 化水 素 | (D) 珪酸 塩 | (E) 水 | タル | マイカ | ビニ ル 繊維 | ポリ スチ レン |
|-----------|--------------|-----|-----|-----|----------------|-----|----------------------|----------------|----------|-----|-----|---------------|----------------|
| | 1 | 3 | 4 | 5 | 2 | 3 | | | | | | | |
| 実 | 1 | 100 | | | | 60 | 2.0 | 83 | 77 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 2 | 100 | | | | 120 | 4.0 | 103 | 107 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 3 | 100 | | | | 120 | 2.5 | 103 | 107 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 4 | 100 | | | | 200 | 4.0 | 123 | 157 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 5 | 100 | | | 120 | | 2.5 | 103 | 103 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 6 | | 100 | | | 60 | 1.0 | 83 | 103 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 7 | | 100 | | | 120 | 2.0 | 121 | 107 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 8 | | 100 | | | 400 | 7.0 | 178 | 223 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| 施 例 | 9 | | 100 | | 120 | | 3.0 | 103 | 107 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 10 | | | 100 | | 60 | 3.0 | 83 | 73 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 11 | | | 100 | | 120 | 4.0 | 105 | 107 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 12 | | | 100 | | 200 | 4.0 | 125 | 155 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 13 | | | 100 | | 120 | | 1.5 | 125 | 110 | | 2 | 2 |
| | 14 | | | | 100 | 60 | 2.0 | 75 | 67 | | | 2 | 2 |
| | 15 | | | | 100 | 120 | 3.5 | 93 | 91 | | | 2 | 2 |
| | 16 | | | | 100 | 400 | 5.0 | 143 | 197 | | | 2 | 2 |
| | 17 | | | | 100 | 120 | 2.0 | 95 | 103 | | | 2 | 2 |

【0054】

【表2】

| 組成 重量部 | | 反応性無機質粉体 (A) | | | 無機質充填 材 (B) | | (C) 過酸 化水 素 | (D) 珪酸 塩 | (E) 水 | タフ | マイカ | ビニ ン 繊維 | ステ リ ン 酸 亜 鉛 |
|-----------|----|-----------------|-----|-----|----------------|-----|----------------------|----------------|----------|----|-----|---------------|-----------------------------|
| | | 6 | 7 | 8 | 2 | 3 | | | | | | | |
| 実 | 18 | 100 | | | | 60 | 2.0 | 83 | 73 | | | 2 | 2 |
| | 19 | 100 | | | | 120 | 1.0 | 103 | 107 | | | 2 | 2 |
| | 20 | 100 | | | | 200 | 3.0 | 125 | 157 | | | 2 | 2 |
| | 21 | 100 | | | 120 | | 2.5 | 105 | 103 | | | 2 | 2 |
| 施 | 22 | | 100 | | | 60 | 3.0 | 85 | 67 | | | 2 | 2 |
| | 23 | | 100 | | | 120 | 4.0 | 103 | 103 | | | 2 | 2 |
| | 24 | | 100 | | | 200 | 5.5 | 123 | 153 | | | 2 | 2 |
| | 25 | | 100 | | 120 | | 2.5 | 105 | 107 | | | 2 | 2 |
| 例 | 26 | | | 100 | | 60 | 0.5 | 83 | 73 | | | 2 | 2 |
| | 27 | | | 100 | | 120 | 2.0 | 105 | 103 | | | 2 | 2 |
| | 28 | | | 100 | | 200 | 3.0 | 125 | 157 | | | 2 | 2 |
| | 29 | | | 100 | 120 | | 4.0 | 103 | 103 | | | 2 | 2 |

【0055】

* * 【表3】

| 組成 重量部 | | 反応性無機質粉体 (A) | | | | 無機質充填材 (B) | | | (C) 過酸 化水 素 | 珪酸 粉末 | (D) 珪酸 塩 | (E) 水 | タフ | マイカ | ビニ ン 繊維 | ステ リ ン 酸 亜 鉛 |
|-----------|----|--------------|-----|-----|-----|---------------|---|-----|----------------------|----------|----------------|----------|----|-----|---------------|-----------------------------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 1 | 2 | 3 | | | | | | | | |
| 比 | 1 | | 100 | | | | | 120 | 4.0 | | 103 | 107 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 2 | 100 | | | | 120 | | | 4.0 | | 103 | 107 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 3 | 100 | | | | | | 120 | | 0.75 | 103 | 107 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 4 | 100 | | | | | | 850 | 9.0 | | 250 | 400 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 5 | 100 | | | | | | 10 | 2.0 | | 83 | 73 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 6 | 100 | | | | | | 600 | 7.0 | | 180 | 1600 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 7 | 100 | | | | | | 120 | 12 | | 103 | 107 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 8 | 100 | | | | | | 400 | 5.0 | | 500 | 227 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| 較 例 | 9 | | | 100 | | | | 120 | | 0.28 | 121 | 107 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 10 | | | 100 | | | | 850 | 8.0 | | 250 | 420 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 11 | | | 100 | | | | 5 | 1.5 | | 83 | 67 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 12 | | | 100 | | | | 550 | 6.0 | | 170 | 1600 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 13 | | | 100 | | | 5 | | 1.5 | | 83 | 63 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 14 | | | | 100 | | | 200 | | 0.45 | 125 | 155 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 15 | | | | 100 | | | 850 | 8.0 | | 250 | 400 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 16 | | | | 100 | | | 5 | 1.0 | | 83 | 67 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 17 | | | | 100 | | | 450 | 5.0 | | 480 | 250 | 20 | 10 | 2 | 2 |
| | 18 | | | | 100 | | 5 | | 2.0 | | 75 | 77 | 20 | 10 | 2 | 2 |

【0056】

【表4】

| 組成 重量部 | 反応性無機質粉体 (A) | | | | 無機質充填材 (B) | | | (C) 過酸 水素 アルミ 粉末 | (D) 珪酸 塩 | (E) 水 | ケル | マレ | ビニ 繊維 | ステ レン 重合 |
|------------|--------------|-----|-----|-----|---------------|-----|-----|------------------------------|----------------|----------|------|----|----------|----------------|
| | 5 | 6 | 7 | 8 | 1 | 2 | 3 | | | | | | | |
| 比 | 19 | 100 | | | | | 400 | | 0.55 | 143 | 197 | | 2 | 2 |
| | 20 | 100 | | | | | 850 | 9.0 | | 250 | 400 | | 2 | 2 |
| | 21 | 100 | | | | | 5 | 1.0 | | 83 | 63 | | 2 | 2 |
| | 22 | 100 | | | | | 500 | 4.0 | | 170 | 1600 | | 2 | 2 |
| | 23 | 100 | | | | 850 | | 9.0 | | 250 | 450 | | 2 | 2 |
| | 24 | | 100 | | | | 120 | | 0.2 | 103 | 107 | | 2 | 2 |
| | 25 | | 100 | | | | 850 | 6.0 | | 250 | 420 | | 2 | 2 |
| | 26 | | 100 | | | | 5 | 1.5 | | 83 | 58 | | 2 | 2 |
| | 27 | | 100 | | | | 450 | 7.0 | | 500 | 230 | | 2 | 2 |
| | 28 | | 100 | | | 5 | | 1.5 | | 83 | 58 | | 2 | 2 |
| 較 例 | 29 | | | 100 | | | 200 | | 0.8 | 123 | 153 | | 2 | 2 |
| | 30 | | | 100 | | | 850 | 8.0 | | 250 | 200 | | 2 | 2 |
| | 31 | | | 100 | | | 5 | 1.0 | | 78 | 63 | | 2 | 2 |
| | 32 | | | 100 | | | 5 | 2.5 | | 78 | 63 | | 2 | 2 |
| | 33 | | | | 100 | | 60 | | 0.12 | 83 | 73 | | 2 | 2 |
| | 34 | | | | 100 | | 850 | 4.5 | | 250 | 250 | | 2 | 2 |
| | 35 | | | | 100 | | 5 | 1.0 | | 83 | 58 | | 2 | 2 |
| | 36 | | | | 100 | | 200 | 13 | | 123 | 157 | | 2 | 2 |
| | 37 | | | | 100 | | 5 | 0.5 | | 83 | 63 | | 2 | 2 |

【0057】

* * 【表5】

| 性能 | | 硬化状態 | | 気泡状態 | | 圧縮強度(kg/cm ²) | | 熱水試験 後の強度 維持率 (%) | 比 重 | 熱水試験 後の収縮 率 (%) |
|----|----|-----------|-----------|-----------|-----------|---------------------------|-----------|----------------------------|------|-----------------------|
| | | 5 時間 後 | 20時間 後 | 5 時間 後 | 20時間 後 | 耐水試験 前 | 耐水試験 後 | | | |
| 実 | 1 | ○ | ○ | ○ | ○ | 17 | 17 | 100 | 0.30 | 3.4 |
| | 2 | ○ | ○ | ○ | ○ | 3 | 2.9 | 97 | 0.15 | 2.6 |
| | 3 | ○ | ○ | ○ | ○ | 16 | 16 | 100 | 0.30 | 2.5 |
| | 4 | ○ | ○ | ○ | ○ | 16 | 16 | 100 | 0.30 | 2.0 |
| | 5 | ○ | ○ | ○ | ○ | 18 | 18 | 100 | 0.30 | 2.8 |
| 施 | 6 | ○ | ○ | ○ | ○ | 42 | 42 | 100 | 0.60 | 3.7 |
| | 7 | ○ | ○ | ○ | ○ | 26 | 26 | 100 | 0.40 | 2.4 |
| | 8 | ○ | ○ | ○ | ○ | 7 | 6.8 | 97 | 0.20 | 1.9 |
| | 9 | ○ | ○ | ○ | ○ | 11 | 11 | 100 | 0.25 | 2.7 |
| 例 | 10 | ○ | ○ | ○ | ○ | 3 | 2.9 | 97 | 0.15 | 3.1 |
| | 11 | ○ | ○ | ○ | ○ | 3.5 | 3.5 | 100 | 0.15 | 2.3 |
| | 12 | ○ | ○ | ○ | ○ | 16 | 16 | 100 | 0.30 | 1.9 |
| | 13 | ○ | ○ | ○ | ○ | 37 | 37 | 100 | 0.50 | 2.5 |

【0058】

【表6】

| 性能 | | 硬化状態 | | 気泡状態 | | 圧縮強度(kg/cm ²) | | 熱水試験後の強度維持率(%) | 比 重 | 熱水試験後の収縮率(%) |
|-------------|----|------|------|------|------|---------------------------|-------|----------------|------|--------------|
| | | 3時間後 | 6時間後 | 3時間後 | 6時間後 | 耐水試験前 | 耐水試験後 | | | |
| 実 施 例 | 14 | ○ | ○ | ○ | ○ | 17 | 17 | 100 | 0.30 | 2.9 |
| | 15 | ○ | ○ | ○ | ○ | 8 | 7.8 | 97 | 0.20 | 2.0 |
| | 16 | ○ | ○ | ○ | ○ | 18 | 18 | 100 | 0.30 | 1.7 |
| | 17 | ○ | ○ | ○ | ○ | 28 | 28 | 100 | 0.40 | 2.3 |

【0059】

* * 【表7】

| 性能 | | 硬化状態 | | 気泡状態 | | 圧縮強度(kg/cm ²) | | 熱水試験後の強度維持率(%) | 比 重 | 熱水試験後の収縮率(%) |
|-------------|----|------|------|------|------|---------------------------|-------|----------------|------|--------------|
| | | 2時間後 | 4時間後 | 2時間後 | 4時間後 | 耐水試験前 | 耐水試験後 | | | |
| 実 施 例 | 18 | ○ | ○ | ○ | ○ | 15 | 15 | 100 | 0.30 | 3.1 |
| | 19 | ○ | ○ | ○ | ○ | 39 | 39 | 100 | 0.60 | 2.6 |
| | 20 | ○ | ○ | ○ | ○ | 28 | 28 | 100 | 0.40 | 2.3 |
| | 21 | ○ | ○ | ○ | ○ | 16 | 16 | 100 | 0.30 | 2.6 |
| | 22 | ○ | ○ | ○ | ○ | 3 | 2.9 | 97 | 0.15 | 3.5 |
| | 23 | ○ | ○ | ○ | ○ | 3 | 3 | 100 | 0.15 | 2.7 |
| | 24 | ○ | ○ | ○ | ○ | 3.4 | 3.3 | 97 | 0.15 | 2.5 |
| | 25 | ○ | ○ | ○ | ○ | 18 | 18 | 100 | 0.30 | 2.5 |
| | 26 | ○ | ○ | ○ | ○ | 72 | 72 | 100 | 0.70 | 2.9 |
| | 27 | ○ | ○ | ○ | ○ | 26 | 26 | 100 | 0.40 | 2.2 |
| | 28 | ○ | ○ | ○ | ○ | 28 | 28 | 100 | 0.40 | 1.8 |
| | 29 | ○ | ○ | ○ | ○ | 3 | 3 | 100 | 0.15 | 2.6 |

【0060】

【表8】

| 性能 | | 硬化状態 | | 気泡状態 | | 圧縮強度(kg/cm ²) | | 熱水試験後の強度維持率(%) | 比重 | 熱水試験後の収縮率(%) |
|-----|----|------|-------|------|-------|---------------------------|-------|----------------|------|--------------|
| | | 5時間後 | 20時間後 | 5時間後 | 20時間後 | 耐水試験前 | 耐水試験後 | | | |
| 比較例 | 1 | × | ○ | × | × | 1.8 | 1.6 | 89 | 0.15 | 2.7 |
| | 2 | ○ | ○ | ○ | ○ | 3 | 2.9 | 97 | 0.15 | 7.0 |
| | 3 | × | ○ | ○ | ○ | 3 | 3 | 100 | 0.15 | 2.6 |
| | 4 | ○ | ○ | △ | △ | 10 | 9.1 | 91 | 0.30 | 3.4 |
| | 5 | ○ | ○ | ○ | ○ | 7 | 7 | 100 | 0.20 | 5.9 |
| | 6 | × | × | × | × | 8 | 1.3 | 16 | 1.50 | 17.4 |
| | 7 | ○ | ○ | × | × | 126 | 126 | 100 | 1.40 | 3.7 |
| | 8 | ○ | ○ | ○ | ○ | 15 | 6.4 | 43 | 0.30 | 4.1 |
| 比較例 | 9 | × | ○ | ○ | ○ | 25 | 25 | 100 | 0.40 | 2.5 |
| | 10 | ○ | ○ | △ | △ | 11 | 10 | 91 | 0.35 | 3.8 |
| | 11 | ○ | ○ | ○ | ○ | 17 | 17 | 100 | 0.30 | 6.2 |
| | 12 | × | × | × | × | 10 | 1.4 | 14 | 1.50 | 18.3 |
| | 13 | ○ | ○ | ○ | ○ | 16 | 16 | 100 | 0.30 | 6.5 |
| | 14 | × | ○ | ○ | ○ | 16 | 16 | 100 | 0.30 | 1.9 |
| | 15 | ○ | ○ | △ | △ | 10 | 9.2 | 92 | 0.35 | 3.4 |
| | 16 | ○ | ○ | ○ | ○ | 29 | 29 | 100 | 0.40 | 6.1 |
| | 17 | ○ | ○ | ○ | ○ | 16 | 7.5 | 47 | 0.30 | 4.3 |
| | 18 | ○ | ○ | ○ | ○ | 7 | 7 | 100 | 0.20 | 6.2 |

【0061】

* * 【表9】

| 性能 | | 硬化状態 | | 気泡状態 | | 圧縮強度(kg/cm ²) | | 熱水試験後の強度維持率(%) | 比重 | 熱水試験後の収縮率(%) |
|-----|----|------|------|------|------|---------------------------|-------|----------------|------|--------------|
| | | 3時間後 | 6時間後 | 3時間後 | 6時間後 | 耐水試験前 | 耐水試験後 | | | |
| 比較例 | 19 | × | ○ | ○ | ○ | 19 | 19 | 100 | 0.30 | 1.9 |
| | 20 | ○ | ○ | △ | △ | 8 | 7.4 | 92 | 0.30 | 3.5 |
| 比較例 | 21 | ○ | ○ | ○ | ○ | 37 | 37 | 100 | 0.50 | 6.1 |
| | 22 | × | × | × | × | 7 | 0.8 | 11 | 1.40 | 19.1 |
| | 23 | ○ | ○ | △ | △ | 9 | 8.2 | 91 | 0.30 | 3.6 |

【0062】

【表10】

| 性能 | | 硬化状態 | | 気泡状態 | | 圧縮強度(kg/cm ²) | | 熱水試験 後の強度 維持率 (%) | 比 重 | 熱水試験 後の収縮 率 (%) |
|----|----|----------|----------|----------|----------|---------------------------|-----------|----------------------------|------|--------------------------|
| | | 2時間 後 | 4時間 後 | 2時間 後 | 4時間 後 | 耐水試験 前 | 耐水試験 後 | | | |
| 実 | 24 | × | ○ | ○ | ○ | 39 | 39 | 100 | 0.60 | 2.7 |
| | 25 | ○ | ○ | △ | △ | 17 | 15 | 88 | 0.50 | 3.5 |
| | 26 | ○ | ○ | ○ | ○ | 17 | 17 | 100 | 0.30 | 6.7 |
| | 27 | ○ | ○ | ○ | ○ | 8 | 4.1 | 51 | 0.20 | 3.1 |
| | 28 | ○ | ○ | ○ | ○ | 16 | 16 | 100 | 0.30 | 7.0 |
| 施 | 29 | × | ○ | ○ | ○ | 3.5 | 3.5 | 100 | 0.15 | 2.6 |
| | 30 | ○ | ○ | △ | △ | 11 | 9.9 | 90 | 0.35 | 3.8 |
| | 31 | ○ | ○ | ○ | ○ | 27 | 27 | 100 | 0.40 | 6.6 |
| | 32 | ○ | ○ | ○ | ○ | 3.5 | 3.4 | 97 | 0.15 | 7.5 |
| | 33 | × | ○ | ○ | ○ | 71 | 71 | 100 | 0.70 | 2.9 |
| 例 | 34 | ○ | ○ | △ | △ | 22 | 21 | 95 | 0.60 | 3.9 |
| | 35 | ○ | ○ | ○ | ○ | 3 | 3 | 100 | 0.40 | 7.1 |
| | 36 | ○ | ○ | × | × | 137 | 134 | 98 | 1.50 | 3.5 |
| | 37 | ○ | ○ | ○ | ○ | 41 | 41 | 100 | 0.60 | 6.4 |

【0063】

【発明の効果】本発明の発泡性無機質組成物の構成は上述の通りであり、気泡の均一性、耐水性に優れ、加熱に

よる収縮率が小さく、断熱性の高い、高強度で低比重の発泡体を得ることができる。

フロントページの続き

(51)Int. Cl. ⁶

C 0 4 B 20/06

22/06

28/26

識別記号

Z

Z

庁内整理番号

F I

技術表示箇所